

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-208437

(43)Date of publication of application : 12.08.1997

(51)Int.Cl.

A61K 7/42  
A61K 7/00  
A61K 7/02  
A61K 7/48  
// A61K 7/027  
A61K 7/032  
C09K 3/00

(21)Application number : 08-046713

(71)Applicant : SUMITOMO OSAKA CEMENT  
CO LTD  
SEKISUI PLASTICS CO LTD

(22)Date of filing : 07.02.1996

(72)Inventor : KISHIMOTO ATSUSHI  
SAKUMA ITARU  
TERAMOTO KENZO

## (54) COSMETICS

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a cosmetic capable of effectively affording UV blocking property on cosmetic milky lotion, etc., excellent in slipping and covering power, etc., by using a metal oxide particle contained in resin powder.

SOLUTION: The base material contains a resin powder of 0.1-30 $\mu$ m of particle size containing a metal oxide powder having UV screening power of 0.003-0.1 $\mu$ m of average particle size. The metal oxides having UV screening power such as zinc oxide, titanium oxide or cerium oxide, etc., are preferred. The resins used are such as urethane, polyacrylic acid ester, polyvinyl acetate, polyamide, acryl-styrene copolymer, epoxy, silicone resin, etc. This resin powder containing metal oxide is preferably formulated in cosmetic milky lotion, face powder, foundation, stick, lip stick, eye line, etc.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 21.10.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or

application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3205249

[Date of registration]

29.06.2001

[Number of appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against  
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

特許第3205249号  
(P3205249)

(45) 発行日 平成13年 9 月 4 日 (2001. 9. 4)

(24) 登録日 平成13年 6 月 29 日 (2001. 6. 29)

|                           |      |              |
|---------------------------|------|--------------|
| (51) Int.Cl. <sup>7</sup> | 識別記号 | F I          |
| A 6 1 K 7/42              |      | A 6 1 K 7/42 |
| 7/00                      |      | 7/00 N       |
| 7/02                      |      | 7/02 P       |
| 7/48                      |      | 7/48         |
| // A 6 1 K 7/027          |      | 7/027        |

請求項の数 3 (全 13 頁) 最終頁に続く

|           |                               |           |   |
|-----------|-------------------------------|-----------|---|
| (21) 出願番号 | 特願平8-46713                    | (73) 特許権者 | 000183266<br>住友大阪セメント株式会社<br>東京都千代田区神田美土代町 1 番地 |
| (22) 出願日  | 平成 8 年 2 月 7 日 (1996. 2. 7)   | (73) 特許権者 | 000002440<br>積水化成品工業株式会社<br>大阪市北区西天満二丁目 4 番 4 号 |
| (65) 公開番号 | 特開平9-208437                   | (72) 発明者  | 岸本 淳<br>千葉県船橋市豊宮町585番地 住友大阪<br>セメント株式会社 中央研究所内  |
| (43) 公開日  | 平成 9 年 8 月 12 日 (1997. 8. 12) | (72) 発明者  | 佐久間 到<br>滋賀県甲賀郡水口町泉1259 積水化成品<br>工業株式会社 内       |
| 審査請求日     | 平成10年10月21日 (1998. 10. 21)    | (74) 代理人  | 100075199<br>弁理士 土橋 皓                           |
|           |                               | 審査官       | 高原 慎太郎  |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 化粧料

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 紫外線遮蔽能を有する平均粒子径 0.003～0.1 μm の金属酸化物を、当該金属酸化物に対し 1～50 重量%の分散剤の存在下に樹脂モノマーに分散させ、金属酸化物の分散粒子径を 0.003～0.1 μm に維持しながら懸濁重合あるいは乳化重合を行うことによって、内包させた樹脂粉体からなり、該樹脂粉体をクリーム化粧品、乳液化粧品あるいは液状のファンデーション化粧品に配合したことを特徴とする化粧料。

【請求項 2】 紫外線遮蔽能を有する平均粒子径 0.003～0.1 μm の金属酸化物を、当該金属酸化物に対し 1～50 重量%の分散剤の存在下に樹脂モノマーに分散させ、金属酸化物の分散粒子径を 0.003～0.1 μm に維持しながら懸濁重合あるいは乳化重合を行うことによって、内包させた樹脂粉体からなり、該樹脂粉体を当該化粧品の

使用される形状に成形された化粧品に配合したことを特徴とする化粧料。

【請求項 3】 前記成形された化粧品が、固形白粉化粧品、ファンデーション化粧品、スチック化粧品、口紅化粧品、アイライン化粧品あるいはアイシャドー化粧品であることを特徴とする請求項 2 記載の化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は紫外線遮蔽性を付与した化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】 化粧品に使用される金属酸化物の粉体には、特定の着色力を持つため顔料として使用されるもの、また、紫外線遮蔽性、赤外線遮蔽性、および抗菌性等の機能を有しているため機能材料として使われるもの

等がある。

【0003】これら金属酸化物粉体の粒子径を小さくすると、例えば  $0.1\mu\text{m}$  以下にするならば、可視光線 ( $0.4\sim 0.8\mu\text{m}$ ) をほとんど吸収せずに透過してしまう。この結果、金属酸化物の粉体は透明性を帯びる。例えば、赤色顔料として使われているヘマタイト (酸化第2鉄:  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) は、粒子径を  $0.1\mu\text{m}$  以下にするならば、着色力は低下するものの、その代わりに透明感に優れた色むらのない赤味を発色させることができる。

【0004】最近、化粧品では皮膚に対する隠蔽力を弱めにして、これを使用した時に自然な仕上がりになるのを好むような消費者の傾向がでてきており、この意味で透明性に優れた金属酸化物の微粉体は、このような化粧品を作るのに適した原料といえる。機能材料の場合、その性能は表面積の大きさに依存するケースも多く、表面積が大きい方が高性能となる傾向が強いため、金属酸化物を  $0.1\mu\text{m}$  以下の粒子径とするならば、表面積は著しく大きくなるので、より高機能を引出すことができる。一般的に、紫外線遮蔽性や抗菌性等の機能を有する金属酸化物の微粒子粉体の場合、このことが良くあてはまる。

【0005】したがって、金属酸化物の粒子径を  $0.1\mu\text{m}$  以下にするならば、透明性と機能性の両方を著しく高めることができ、化粧料の原料としての有用性も増すことになる。また、透明で紫外線遮蔽性を有する粉体には、これまでに述べた金属酸化物を使う方法以外に、ベンゾフェノン系、ベンゾトリアゾール系、およびサリチル酸塩系の有機系紫外線吸収剤を溶解させた樹脂粉体を使う方法もある。

【0006】しかし、これらの有機系紫外線吸収剤は、一般的に、樹脂に対する溶解度が余り高くないため、高濃度で有機系紫外線吸収剤を含有する樹脂粉体を製造することが難しく、このような低濃度の有機系紫外線吸収剤を含有する樹脂粉体を用いて十分な紫外線遮蔽効果のある化粧料を製造しようとする、樹脂粉体の配合量を多くせざるを得ず、このため化粧料の商品設計に支障を来す。

【0007】そして、一般に、有機系紫外線吸収剤は、樹脂粉体よりブリードアウトしやすく、樹脂の表面に出てくる傾向があるので、経時的に濃度が下がり、性能が低下する懸念があるということ以外に、有機系紫外線吸収剤は繰り返し皮膚と接触する時、アレルギー症状を引き起こす可能性があることが指摘されており、樹脂粉体の表面にブリードアウトしてきた有機系紫外線吸収剤については、このような安全性の面での心配もある。

【0008】上記従来の技術においては、紫外線遮蔽性を有する金属酸化物を使う化粧料では、金属酸化物の粒子径を微細にすると化粧料の原料としての有用性が増すが、微細化することは必ずしも良い面ばかりではなく、不利な面もある。例えば、粒子径が小さくなると粒子の

表面積が増大し、その表面エネルギーが著しく大きくなるために凝集し易くなり、1次粒子としては  $0.1\mu\text{m}$  以下でも、2次粒子としてはずっと大きくなるため、本来の透明性を発揮させることが難しくなる。

【0009】また、粒子径が  $0.1\mu\text{m}$  以下になると、表面エネルギーが大きくなるため、皮膚と接触した時にザラつく感触となり、化粧料原料としては欠点となる。さらに、粒子径がこのような小さいと触媒活性が生じる場合があり、化粧料に配合された時には、他の成分のビヒクル (Vehicle) に作用して変質、着色、ゲル化等の現象を誘起することがある。

【0010】このため、このような金属酸化物の微粒子を、化粧料の原料として使いこなすのには、かなりの技術的な困難さを伴うという問題点があった。また、有機系紫外線吸収剤を含有した紫外線遮蔽性を有する樹脂粉体を使う化粧料では、樹脂粉体の配合量を大きくせざるを得ず、商品設計に支障を来し、またアレルギー症状を引き起こす可能性があるなどの問題点があった。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来の技術における前記問題点を解消するためのものであり、そのための課題は、金属酸化物粒子を樹脂粉体に含有させて使用することにより、化粧料の原料として金属酸化物の微粒子を使用する場合に伴う技術的困難さと有機系紫外線吸収剤のみを用いることによる弊害とを解消した化粧料を提供することにある。

【0012】

【課題を解決するための手段】本発明においては前記課題を達成できるようにするため、請求項1に係る化粧料は、紫外線遮蔽性を有する平均粒子径  $0.003\sim 0.1\mu\text{m}$  の金属酸化物を、当該金属酸化物に対し  $1\sim 50$  重量%の分散剤の存在下に樹脂モノマーに分散させ、金属酸化物の分散粒子径を  $0.003\sim 0.1\mu\text{m}$  に維持しながら懸濁重合あるいは乳化重合を行うことによって、内包させた樹脂粉体からなり、該樹脂粉体をクリーム化粧品、乳液化粧品あるいは液状のファンデーション化粧品に配合したことを特徴とするものである。

【0013】また、請求項2に係る化粧料は、紫外線遮蔽性を有する平均粒子径  $0.003\sim 0.1\mu\text{m}$  の金属酸化物を、当該金属酸化物に対し  $1\sim 50$  重量%の分散剤の存在下に樹脂モノマーに分散させ、金属酸化物の分散粒子径を  $0.003\sim 0.1\mu\text{m}$  に維持しながら懸濁重合あるいは乳化重合を行うことによって、内包させた樹脂粉体からなり、該樹脂粉体を当該化粧品の使用される形状に成形された化粧品に配合したことを特徴とするものである。

【0014】そして、請求項3に係る化粧料は、前記成形された化粧品が、固形白粉化粧品、ファンデーション化粧品、スチック化粧品、口紅化粧品、アイライン化粧品あるいはアイシャドー化粧品であることを特徴とする。

【0015】

【発明の実施の形態】化粧料は、化粧料の原料として使用する上で有用な紫外線遮蔽能を有する金属酸化物を粒子径  $0.003\sim 0.1\ \mu\text{m}$  の微粒子にして樹脂粉体に含有させ、この金属酸化物を含有させた樹脂粉体を  $0.1\sim 30\ \mu\text{m}$  の粒径にして、基材に分散混入させる。

【0016】金属酸化物を含有させた樹脂粉体は  $0.1\sim 30\ \mu\text{m}$  の粒径にする。この樹脂粉体の粒径が  $0.1\ \mu\text{m}$  未満では脱水処理が難しくなって凝集しやすくなるから、樹脂粉体同士の凝集性が強くなり分散性が悪くなって紫外線遮蔽剤を含む樹脂粉体の製造が困難となり、 $30\ \mu\text{m}$  を超えると粒径が大きすぎて滑りまたは伸びならびに肌触り等に悪影響を及ぼすとともに化粧料の紫外線遮蔽性を均一に付与することが難しくなる。この樹脂粉体は形状が球状の場合は、配合された化粧料の伸び、および滑りを一層改善する効果がある。さらに金属酸化物の粒子表面が樹脂で覆われているために、触媒活性は抑えられ、化粧料中の他のビヒクルになら悪影響を及ぼすことはない。このため、金属酸化物の微粒子を樹脂マトリックスの中に分散させるならば、微粒子ゆえの透明性もしくは高機能という長所を生かしつつ、微粒子の凝集性、伸びや滑りの悪さ、触媒活性等の欠点を改善することができるようになる。

【0017】この樹脂粉体の樹脂マトリックス中に分散させた金属酸化物の粒子径（以下、分散粒子径という）を  $0.003\sim 0.1\ \mu\text{m}$  としても、金属酸化物の微粒子は、樹脂中に固定されているため、当然、再凝集することなく、粒成長はしない。このため透明性が十分に高い樹脂を選択するならば、樹脂中の微粒子径が  $0.1\ \mu\text{m}$  以下で可視光透過性が高いので、このような金属酸化物を含有する樹脂粉体は全体としても透明性に優れたものとなる。このとき使用されている金属酸化物が機能材料の場合には、その性能は一層高まることになる。

【0018】金属酸化物としては酸化亜鉛、酸化チタン、または酸化セリウム等の紫外線遮蔽機能を有するものを用いることができ、これらの微粒子を分散粒子径  $0.003\sim 0.1\ \mu\text{m}$  で含有してなる樹脂粉体は、透明性および紫外線遮蔽機能を有するものとなる。このため、 $0.003\sim 0.1\ \mu\text{m}$  の分散粒子径となるように紫外線遮蔽機能を有する金属酸化物を用いて樹脂粉体を製造すれば、透明性、紫外線遮蔽性に加え、長期安定性および安全性等の点で優れた材料ができるようになる。

【0019】前述したとおり、樹脂粉体中における金属酸化物の分散粒子径は  $0.003\sim 0.1\ \mu\text{m}$  とする。さらに好ましくは、 $0.01\sim 0.05\ \mu\text{m}$  が良い。この分散粒子径が  $0.003\ \mu\text{m}$  未満では結晶化度が低下して紫外線遮蔽機能を発現しなくなり、また、 $0.1\ \mu\text{m}$  を超えると粒子の可視光線に対する散乱係数が大きくなり、透明性が著しく損なわれ、光透過性が低下して透明性が悪くなる。これに対して、分散粒子径が  $0.1\ \mu\text{m}$  以下ならば、工業的に

量産可能な範囲である  $0.003\ \mu\text{m}$  以上であれば、樹脂粉体の製造に支障が生じない。

【0020】樹脂中での分散粒子径を  $0.003\sim 0.1\ \mu\text{m}$  にするためには、出発原料である金属酸化物の粒径もまた  $0.003\sim 0.1\ \mu\text{m}$  でなければならない。金属酸化物の粒径が  $0.003\ \mu\text{m}$  未満では結晶化度が低下して紫外線遮蔽機能を発現しなくなるためこれ以上小さくする意味がなくなり、また、 $0.1\ \mu\text{m}$  を超えると光透過性が低下して透明性が悪くなる。

10 【0021】このような金属酸化物の微粒子は、例えば特開平 2-311314号公報に記載されている方法で製造することができる。すなわち、亜鉛の酸性塩と酢酸アンモニウムの混合溶液に硫化水素を通じ、得られた沈殿物から可溶塩を除去し、次いで、この沈殿物を非水溶媒に分散した後、これをオートクレーブにて  $250\sim 400\ ^\circ\text{C}$  で加熱してガス分を除去し、その後得られた乾燥粉を  $500\sim 800\ ^\circ\text{C}$  で加熱処理することで酸化亜鉛微粒子を得る。

20 【0022】他の金属酸化物微粒子の多くについても、上述のように、まず当該金属の酸性塩とアルカリの中和反応により沈殿物を得て、引き続き、これをオートクレーブを用いて高温高圧処理をすることで、酸化亜鉛の場合と同様に、製造することができる。

【0023】ただし、単に、 $0.003\sim 0.1\ \mu\text{m}$  の1次粒子径を持つ粉末を樹脂に練り混むだけでは分散粒子径を  $0.003\sim 0.1\ \mu\text{m}$  にすることはできず、また樹脂粉体の形状を  $0.1\sim 30\ \mu\text{m}$  の球状にすることはできない。分散粒子径を  $0.003\sim 0.1\ \mu\text{m}$  にするとともに樹脂粉体の粒径が  $0.1\sim 30\ \mu\text{m}$  で形状が球状のものであることが好ましい。

30 【0024】次に、樹脂粉体中の金属酸化物の含有率は  $1\sim 80$  重量%が好ましい。含有率が1重量%以下では含有量が少なすぎ、たとえば、この金属酸化物が機能材料であって、これを含有する樹脂粉体を化粧料に配合して当該金属酸化物のもつ機能を化粧料に与えようとしても、十分に性能を発揮させるためには樹脂粉体を大量に配合しなければならず、化粧料の配合設計が極めて難しくなる。

40 【0025】また、含有率が  $80$  重量%以上では、重合前の分散液を製造する段階で、樹脂モノマーに対する金属酸化物の量が多すぎて、この分散液の粘度が非常に高くなり、金属酸化物の微粒子に対し効果的に分散エネルギーを与えることができないため、金属酸化物の微粒子を高分散状態にすることは困難になる。このため、金属酸化物の分散粒子径が  $0.003\sim 0.1\ \mu\text{m}$  である分散液を製造することはできない。この場合、金属酸化物を分散粒子径  $0.003\sim 0.1\ \mu\text{m}$  で含有する樹脂粉体を製造することができなくなる。

50 【0026】また、この場合、金属酸化物粉末を樹脂モノマーと溶剤との混合体に分散する方法もあるが、樹脂モノマーに対して相対的に溶剤をかなり多くしなければ

ならず、この時、重合後、樹脂粉体中に多量の溶剤が残存するため、当該樹脂粉体を化粧料原料として用いる場合は安全性のためには、この溶剤を除去しなければならないので、製造上、問題が残る。

【0027】たとえば、特公昭62-51931号公報では、その実施例で酸化チタン微粉末、酢酸ビニル、およびヘキサンとの混合系で重合させて球状多孔質樹脂粉体を得るとの記述があるが、この公報中では樹脂粉体を多孔質化するために樹脂モノマーである酢酸ビニルに対し溶剤のヘキサンを多量に用いているので、樹脂粉末を得た後、残留ヘキサンを除去するために、イソプロピルアルコールで繰り返し、洗浄している。

【0028】〔球状樹脂粉末の製造〕樹脂粉体は、懸濁重合法を用いる場合、次のような段階を経て製造される。第1段階 0.003～0.1 $\mu$ mの粒径をもつ金属酸化物を、樹脂モノマーまたは樹脂モノマーと溶剤との混合体に高分散状態で分散させる。第2段階 第1段階で得られた分散液を重合開始剤の存在下で、懸濁保護剤を添加された水相と混合し、攪拌しながら重合開始に必要な温度以上に昇温したのち、一定時間保持する。重合終了後、濾過洗浄し、乾燥させて、本発明の目的物である樹脂粉体を得る。

【0029】以下、各段階のプロセスにつき、詳述する。

〔第1段階のプロセス〕第1段階で用いられる樹脂モノマーとしては、アクリル酸エステル、メタクリル酸エステル、アクリルスチレン共重合体、酢酸ビニル、ポリアミド、エポキシシ、ウレタン、ポリエステル、およびシリコン樹脂等のうちから選ばれたものを用いる。すなわち、その重合体の透明度が高く、かつ、化粧料の原料として使用可能なものであれば良い。

【0030】金属酸化物と樹脂モノマーとの重量比は、(金属酸化物)/(樹脂モノマー)=70/30以下が好ましい。この比率以上であると液の粘性が上がって金属酸化物を良好な分散状態にすることが難しくなる。これらの樹脂モノマーに金属酸化物の粒子を分散させるわけであるが、このとき分散を促すために必要に応じて有機溶媒を用いても良い。ここで用いる有機溶媒は、たとえば、イソプロピルアルコール等のアルコール類、メチルエチルケトン等のケトン類、酢酸エチル等のエステル類などで、第2段階の最終工程における乾燥により容易に除去できるものであれば、これらに限定されるものではない。

【0031】有機溶媒の樹脂モノマーに対する添加量は、金属酸化物の良好な分散状態を確保できる範囲で、できるだけ少ないほうが良い。添加量の少ない方が第2段階の乾燥による蒸発によって有機溶媒の除去が容易になるからである。第1段階で技術的に重要な点は、0.003～0.1 $\mu$ mの粒径をもつ金属酸化物を樹脂モノマーまたは樹脂モノマーと溶剤との混合体に分散させる際、い

かにして適切な分散剤を選択するかということである。

【0032】使用される分散剤としては、樹脂モノマーとの親和性に富み、同時に後で述べるように第2段階での製造を考慮して疎水性の高いものが良い。すなわち、分散剤は金属酸化物を被覆することで樹脂モノマーに対する分散を促し、同時に金属酸化物の粒子は比較的に短時間のうちに、ほとんど単分散状態となり、分散粒子径は0.003～0.1 $\mu$ mとなる。

【0033】また、分散剤は金属酸化物の粒子に疎水性を与えるので、第2段階で樹脂モノマーが重合する際、金属酸化物の粒子が重合体の外に出ず、水相に移行することなく樹脂中に取り込まれるのを助ける。このような分散剤としては、カルボン酸またはその塩(例、カルボキシメチルセルロースナトリウム)、スルホン酸またはその塩(例、アルカンスルホン酸ナトリウム)、硫酸エステルまたはその塩(例、ポリオキシエチレンニルフェニルエーテル硫酸ナトリウム)、リン酸エステルまたはその塩(例、ポリオキシエチレンオレイルエーテルリン酸ジエタノールアミン)、およびフォスホン酸またはその塩(ラウリルリン酸ナトリウム)が挙げられる。これらの分散剤は同時に化粧料の原料として認められたものでなくてはならない。

【0034】分散剤の金属酸化物に対する添加率は1～50重量%が好ましい。添加率が1重量%以下では金属酸化物の表面を覆うには少なすぎて十分な金属酸化物の分散状態を得ることができず、一方、50重量%以上では、これ以上、添加率を上げて、さらに分散性を改善することができなくて、分散剤がむだになる。

【0035】分散装置としては、ボールミル、サンドミル、超音波分散機、またはホモジナイザー等が挙げられるが、分散系に十分な分散エネルギーを与えられるものであれば、これらに限定されるものではない。分散時間としては、一般的には、30分～2時間程度が好ましいが、分散状態と製造コストとの兼ね合いで適切な時間を選べば良い。以上の諸条件により、金属酸化物粒子の分散粒子径が0.003～0.1 $\mu$ mである分散液を得ることができる。

【0036】〔第2段階のプロセス〕まず、第1段階で得た分散液に重合開始剤を添加し、これを樹脂モノマー相とする。重合開始剤の樹脂モノマーに対する添加率は、通常0.1～0.5重量%である。この場合、重合開始剤を樹脂モノマーに溶解させた上で分散液に添加しても良い。

【0037】重合開始剤としては、過酸化ベンゾイル、過酸化ラウロイル、tert-ブチルパーオキシ2エチルヘキサノエート等の過酸化物、2,2アゾビス2,4ジメチルバレロニトリル、2,2アゾビスイソブチロニトリル等のアゾ化合物を挙げることができる。樹脂モノマーを水相で安定化するための懸濁保護剤は予め水相に添加する。この懸濁保護剤には、有機系のものと、無

機系のものとがある。有機系の懸濁保護剤としては、部分ケン化ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ゼラチン、およびデンプン等が挙げられる。また、無機系の懸濁保護剤としては、マグネシウムやカルシウム等のリン酸塩を挙げられるが、これらに対しては更にアニオン系の界面活性剤が併用されることが多い。

【0038】懸濁保護剤の樹脂モノマーに対する添加率は0.5～10重量%で、界面活性剤を用いるときは水に対し0.01～0.2重量%添加される。次に、上記樹脂モノマー相と水相とを混合したのち、攪拌しながら昇温して、重合を開始させるのであるが、この重合開始温度は50～80℃とするのが良い。そして、この温度で保持しながら重合させる時間としては一般的に1～5時間程度が好ましい。

【0039】懸濁重合プロセスにより、樹脂中に金属酸化物を、第1段階における分散液中の分散粒子径0.003～0.1μmのまま取り込んだ樹脂粉体を得る。懸濁重合の過程で樹脂モノマーは水中で最小の表面エネルギーになろうとするために球状となるので、重合終了後、生成される樹脂粉体もまた球状となる。このとき、攪拌条件をコントロールし、球状の樹脂モノマーに対する剪断状態をコントロールすることで、樹脂粉体の粒径を決定することができる。

【0040】樹脂粉体の粒径は0.1～30μmとするのが良い。一般的に化粧料を皮膚に塗る時、その塗布厚は30～50μm程度と考えられ、このため樹脂粉体の粒径は30μm以上であると塗布厚に比較して粒径が大きすぎ、塗布したときの平滑性を欠くことになる。また、0.1μm以下であれば脱水処理が難しくなるため凝集しやすくなるから樹脂粉体同士の凝集性が強くなり、分散性が悪化して、微粒子の製造が困難になる。引き続き、濾過を行い、樹脂粉体を水相より分離し、さらに洗浄を行い、室温で乾燥させて、金属酸化物の微粒子を含有する樹脂粉体を得る。

【0041】化粧料に対して樹脂粉体を配合する場合、その配合量は1～50重量%が好ましい。この配合量が1重量%以下であると樹脂粉体が少なすぎて着色や機能性の付与等の樹脂粉体を添加した効果が明確に認められず、また、50重量%以上に添加量を増加したとしても、顕著な効果の増進が得られないため、樹脂粉体が無駄になる。

【0042】一般に、金属酸化物の微粉末は1次粒子としては微細でも、表面エネルギーが大きいため凝集傾向が強く、微粉末のままでは凝集してより大きな2次粒子となることが多いが、本発明では金属酸化物の微粒子を樹脂粉体に含有させたことにより、1次粒子の微細粒をそのまま維持することができて、金属酸化物微粒子の長所を生かすことができる。また、樹脂粉体に内包させる金属酸化物の粒子径を0.003～0.1μmとすれば高い透明性を有するものとなり、その金属酸化物が機能材料の

場合には、従来の金属酸化物を使用した時よりもより高い機能性を有し、これを用いるならば得られる化粧料はより付加価値の高いものとすることができる。

【0043】そしてまた、0.003～0.1μmの粒子径を持つ金属酸化物の分散剤を作成し、この分散液に対して懸濁重合もしくは乳化重合を行って、金属酸化物の分散粒子径が0.003～0.1μmである球状の樹脂粉体を作ることによって、樹脂粉体が金属酸化物の1次粒子の微細粒をそのまま維持し、金属酸化物がもつ透明性、紫外線遮蔽性等の機能特性を維持させることができるとともに微細な球状粉体を得ることができるため、このような樹脂粉体をクリーム化粧品、乳液化粧品、液状のファンデーション化粧品、あるいは当該化粧品の使用する形状に圧縮成形または流し込み等の方法により成形された、固形白粉化粧品、ファンデーション化粧品、スティック化粧品、アイライン化粧品、アイシャドー化粧品等の化粧料に配合することにより、金属酸化物の機能特性を十分に引き出すことができるとともに滑りおよび伸びの優れた化粧料が得られる。

【0044】このような実施の態様に対する別態様として、有機系紫外線吸収剤をその有機系紫外線吸収剤の使用に起因する問題点を生じない範囲で、微量添加し、無機系と有機系の紫外線吸収剤を併用することにより両者の利点を利用できるようにしてもよい。この場合の有機系紫外線吸収剤としては、サリチル酸系紫外線吸収剤、ベンゾフェノン系紫外線吸収剤、ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤あるいはシアノアクリレート系紫外線吸収剤などが例示される。サリチル酸系紫外線吸収剤としては、p-tert-ブチルフェニルサリシレート、p-オクチルフェニルサリシレート等がある。ベンゾフェノン系紫外線吸収剤としては、2,4-ドロキシ-4-メトキシ-5-スルホベンゾフェノン等がある。ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤としては、2-(2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2-ヒドロキシ-5-ターシャリーブチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2-ヒドロキシ-3-5-ジターシャリーブチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール等がある。シアノアクリレート系紫外線吸収剤としては、2-エチルヘキシル-2-シアノ-3,3-ジフェニルアクリレート、エチル-2-シアノ-3,3-ジフェニルアクリレート等がある。

【0045】

【実施例】次に、本発明を実施例に基づき具体的に説明するが、本発明がこれらの実施例の範囲に限定されるものではないことは言うまでもない。

【0046】(1) 第1段階である分散液の実施例〔調整例1〕次の各材料を混合し、ボールミルを用いて2時間分散処理を行い、微粒子酸化亜鉛の分散液を得た。

11

酸化亜鉛（住友大阪セメント製、平均粒径 0.02  $\mu\text{m}$ ）  
 メタクリル酸メチル（樹脂モノマー）  
 スルホコハク酸ジオクチルナトリウム（分散剤）

【0047】〔調整例2〕次の各材料を混合し、サンド \* $\mu\text{m}$ の分散液を得た。  
 ミルを用いて3時間分散処理を行い、微粒子酸化セリウ \*

微粒子酸化セリウム（平均粒径 0.02  $\mu\text{m}$ ） 37重量部  
 メタクリル酸メチル（樹脂モノマー） 26重量部  
 トルエン（溶剤） 29重量部  
 ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸（分散剤） 8重量部

【0048】〔調整例3〕次の各材料を混合し、超音波 10 $\times$ ンの分散液を得た。  
 分散機を用いて2時間分散処理を行い、微粒子酸化チタ \*

微粒子酸化チタン（平均粒径 0.04  $\mu\text{m}$ ） 40重量部  
 酢酸ビニル（樹脂モノマー） 50重量部  
 スルホコハク酸ラウリル2ナトリウム（分散剤） 10重量部

以上の分散液中の金属酸化物の分散粒子の粉度分布を調 ★【0049】（2） 第2段階における懸濁重合の実施  
 べるために、電気泳動光散乱光度計（大塚電子製）を用 例  
 いて測定を行った。その測定結果を図1～3に測定結果 【調整例4】各相を次に示す配合で作製した。  
 を示す。

★

樹脂モノマー相

分散液（実施例1～3、比較例1による） 30重量部  
 メチルメタクリレート（樹脂モノマー） 70重量部  
 エチレングリコールジメタクリレート（樹脂モノマー） 20重量部  
 2,2アゾビス 2,4ジメチルバレロニトリル（重合開始剤） 0.2重量部

水相

水 500重量部  
 ポリビニルアルコール（ケン化度87%） 10重量部

【0050】樹脂モノマー相と水相とを混合し、これを  
 ホモキサー内で2000rpmで撹拌し、モノマー滴が約  
 7 $\mu\text{m}$ になるように調整した。次に、この分散体を撹拌  
 機および温度計を備えた反応装置に移し、55 $^{\circ}\text{C}$ に昇温 30  
 して重合を開始させた。さらに、5時間、この温度で重  
 合させたのち、室温まで冷却し、吸引濾過にて得られた  
 樹脂粉体を分離した。適量の温水そしてメタノールで洗  
 浄したのち、室温にて乾燥させた。

☆

☆【0051】調整例4によって得られた樹脂粉体を各々  
 アクリル系樹脂に埋めてミクロトムにより厚さ 0.1 $\mu\text{m}$   
 に切り出した。この薄片を透過型電子顕微鏡（TEM）  
 で観察し、樹脂中における金属酸化物の分散粒子径を測  
 定した。この結果を表1に示す。

【0052】

【表1】

| 樹脂粉体<br>No | 金属酸化物名 | 分散液の<br>製造方法 | 懸濁重合の方法 | 樹脂粉体の粒径<br>( $\mu\text{m}$ ) | 金属酸化物の分散粒子径<br>( $\mu\text{m}$ ) |
|------------|--------|--------------|---------|------------------------------|----------------------------------|
| 1          | 酸化亜鉛   | 調整例1         | 調整例4    | 6～10                         | 0.02～0.03                        |
| 2          | 酸化セリウム | 調整例2         | 同上      | 同上                           | 0.02～0.03                        |
| 3          | 酸化チタン  | 調整例3         | 同上      | 同上                           | 0.04～0.06                        |

【0053】次に、（樹脂粉体）／（流動パラフィン）  
 ＝30／70の重量比で樹脂粉体を流動パラフィンに撹  
 拌機を用いて十分に分散させ、これを50 $\mu\text{m}$ 厚のPET  
 フィルム上にアプリケーターを使用してウェットで 25  
 $\mu\text{m}$ の厚さに塗布し、この分光透過率を測定した。この  
 結果を図4に示す。

【0054】まず、図1～3より第1段階で作られた調  
 整例1から調整例3までの分散液では、金属酸化物の分  
 散粒子径はそれぞれ1次粒子のそれとほとんど同程度に 50

なっていることがわかり、0.1 $\mu\text{m}$ 以下になっていて、  
 本発明の方法によれば分散が効率よく進行し、極めて単  
 分散に近い状態になっていることがわかる。

【0055】次に、第2段階である調整例4で作られた  
 樹脂粉体に関するTEM観察の結果（表1参照）より、  
 分散液中の分散粒子径が 0.1 $\mu\text{m}$ 以下の場合には樹脂粉体  
 中における分散粒子径も 0.1 $\mu\text{m}$ 以下に維持されてい  
 る。すなわち、本発明の方法によれば、第1段階で作ら  
 れる分散液中での分散粒子径が、第2段階における重合



後の樹脂粉体中での分散粒子径にほとんどそのまま保持されていることがわかる。また、樹脂粉体中における金属酸化物の分散粒子径を  $0.003 \sim 0.1 \mu\text{m}$  とするためには、重合の前段階として分散粒子径  $0.003 \sim 0.1 \mu\text{m}$  の金属酸化物の分散液を作る必要があるということである。

【0056】図5は、調整例4で作られた樹脂粉体を流動パラフィンに分散させ、PETフィルムに塗布してその分光透過率を測定したものであるが、この図より調整例1～3の分散液を用いて作った樹脂粉体、すなわち樹脂粉体中での金属酸化物の分散粒子径が  $0.003 \sim 0.1 \mu\text{m}$  の樹脂粉体を塗布した場合は、可視光線の透過性に優れ、透明性が高く、一方、波長  $400 \text{nm}$  以下の紫外線部では急激に吸収が始まって紫外線の遮蔽効果に優れるものとなっていることがわかる。これは金属酸化物の分散粒子径が  $0.003 \sim 0.1 \mu\text{m}$  であると、可視光線の波長の4分の1以下であるため可視光線をほとんど散乱させることなく透過してしまい、一方、表面積が著しく大きくなって紫外線を効率よく吸収するためである。以上のような方法により、金属酸化物の分散粒子径が  $0.003 \sim 0.1 \mu\text{m}$  である樹脂粉体を作るならば、その樹脂粉体は透明性に優れ、かつ、紫外線遮蔽性に優れたものとなる。

【0057】(3) 第2段階における乳化重合の実施例

ここまでは重合方法として懸濁重合を用いる場合について述べてきたが、重合に先立つ前段階として、金属化合物の分散粒子径が  $0.1 \mu\text{m}$  以下の分散液を用意するならば、懸濁重合に限定されるものではなく、乳化重合の方法を用いてもよい。

【0058】乳化重合の場合のプロセスは次の通りである。すなわち、金属酸化物の粒子を前に述べたのと全く同じ方法により樹脂モノマー、又は樹脂モノマーと溶剤の混合体に高分散させ、分散液を作成する。更にこの分散液に乳化剤又は分散剤を所定量添加する。一方、重合触媒を水に添加し溶解させる。これらの2液を混合し攪拌しながら昇温し、重合反応を開始させる。次に重合が終了したら、濾過洗浄し、そして乾燥させて樹脂粉体を得る。乳化重合の場合、一般的に懸濁重合の場合より粒径の小さな樹脂粉体を得られる。

【0059】又、この場合も樹脂モノマーと水相を混合した時に表面エネルギーを最小にしようとする作用が働き、樹脂モノマーは球状になり、乳化重合の後に得られる樹脂粉体も球状となる。また、これまでの実施例では紫外線遮蔽効果のある金属酸化物を選び、詳述してきたが、最初に述べたように、本発明ではこれらの金属酸化

樹脂粉体  
ステアリン酸  
セチルアルコール  
ワセリン  
流動パラフィン

10.0重量部  
2.5重量部  
1.5重量部  
5.0重量部  
10.0重量部

物に限定されるものではなく、ほかの金属酸化物、金属窒化物、および金属炭化物を使用しても良い。

【0060】本発明の重要な点は、これらの金属化合物の分散粒子径を  $0.003 \sim 0.1 \mu\text{m}$  にして樹脂粉体に含有せしめ、透明性を維持しながら、金属化合物の持つ種々の機能を更に効果的に発揮させることにある。そして、樹脂粉体の粒径が球形であるために化粧料等に用いた時、伸びおよび滑りが改善される。又、多くの微粒子の持つ、表面エネルギーが大きいために作用する化粧料中の他のビヒクルに対する触媒活性についても、著しく抑制することができる。

【0061】(4) 化粧料の実施例

次に、このようにして得られた樹脂粉体を各種の化粧品に応用した場合の実施例について述べる。

【実施例1】以下の配合により日焼け止め効果のあるクリーム化粧品を作った。

|                  |       |
|------------------|-------|
| 樹脂粉体             | 20重量部 |
| カオリン             | 2重量部  |
| セチルアルコール         | 1重量部  |
| ワセリン             | 9重量部  |
| 流動パラフィン          | 1重量部  |
| シリコーン油           | 1重量部  |
| グリセルモノステアリン酸エステル | 1重量部  |
| セチルアルコールエーテル     | 1重量部  |
| プロピレングリコール       | 4重量部  |
| 精製水              | 60重量部 |
| 顔料               | 適量    |

ここで、樹脂粉体は調整例4で作製したものを用いた。

【0062】まず、樹脂粉体とカオリン、顔料をブレンダーで混合して粉末部とした。次に精製水にプロピレングリコールを加えて  $65^\circ\text{C}$  に加熱し、上で述べた粉末部を加えてホモミキサーで分散し、加熱溶解して  $65^\circ\text{C}$  に保って水相とした。また、上記配合中の他の成分を混合し、加熱溶解して  $65^\circ\text{C}$  に保って油相とした。その後、上記水相に油相を加え、ホモミキサーで均一に乳化、分散させ、これを冷却させながらかき混ぜることで日焼け止めクリーム化粧品を得た。

【0063】〔比較例1〕実施例1の場合の樹脂粉体の代わりに、2重量部の微粒子酸化亜鉛（住友大阪セメント製、平均粒径  $0.02 \mu\text{m}$ ）を用い、他の成分および製造プロセスも実施例5の時と全く同じにして、日焼け止めクリーム化粧品を作成した。

【0064】〔実施例2〕以下の配合により日焼け止め効果のある乳液化粧品を作成した。

15

ポリエチレン (10モル) モノオレイン酸エステル  
 ポリエチレングリコール 1500  
 トリエタノールアミン  
 精製水  
 香料  
 防腐剤

ここで樹脂粉体は調整例4で作成したものをを用いた。

【0065】まず、ステアリン酸、セチルアルコール、ワセリン、流動パラフィン、ポリエチレンモノオレイン酸エステルを加熱溶解して、樹脂粉体を添加し、ニーダーで混合し、70℃に保温する(油相)。また、精製水にポリエチレングリコール、トリエタノールアミンを加え、加熱溶解し、70℃に保温する(水相)。水相に油相を加え、予備乳化を行い、その後ホモキサーで均一に乳化し、乳化後かきまぜながら30℃まで冷却させること\*

樹脂粉体  
 二酸化チタン  
 タルク  
 ステアリン酸  
 ラノリン  
 スクワラン  
 ソルビタンセスキオレイン酸エステル  
 トリエタノールアミン  
 顔料  
 香料

ここで樹脂粉体は調整例4で作成したものをを用いた。

【0068】まず、樹脂粉体とタルク、顔料をニーダーでよくかきまぜる(粉末部)。トリエタノールアミンを50重量部の精製水に加え70℃に保温する(水相)。香料を除く他の成分を混合し、加熱溶解して70℃に保温する(油相)。水相に油相を加え、ホモキサーで均一に乳化し、これを粉末部に加え、ニーダーで練り合わせた後、水分を蒸発させ、粉碎機で処理する。更にこれをよくかきまぜながら香料を均一に噴霧し、圧縮成型さ

樹脂粉体  
 タルク  
 二酸化チタン  
 ステアリン酸  
 セチルアルコール  
 流動パラフィン  
 ポリエチレン (10モル) モノオレイン酸エステル  
 ソルビタントリオレイン酸エステル  
 プロピレングリコール  
 ポリエチレングリコール 4000  
 トリエタノールアミン  
 ビーガム  
 精製水  
 顔料  
 香料  
 防腐剤

16

2. 0重量部  
 3. 0重量部  
 1. 0重量部  
 64. 5重量部  
 0. 5重量部  
 適量

\*で乳液化粧品を得た。

【0066】〔比較例2〕実施例2の場合の樹脂粉体の代わりに1重量部の微粒子酸化亜鉛(住友大阪セメント製、平均粒径0.02μm)を用い、他の成分は実施例2の時と全く同じにして、そして製造プロセスも実施例6と全く同じにして乳液化粧品を得た。

【0067】〔実施例3〕以下の配合により日焼け止め効果のある固形白粉化粧品を作成した。

40. 0重量部  
 5. 5重量部  
 40. 0重量部  
 1. 5重量部  
 5. 0重量部  
 5. 0重量部  
 2. 0重量部  
 1. 0重量部  
 適量  
 適量

せることで固形白粉化粧品を得た。

【0069】〔比較例3〕実施例3の場合の樹脂粉体の代わりに4重量部の微粒子酸化亜鉛(住友大阪セメント製、平均粒径0.02μm)を用い、他の成分は実施例3の時と全く同じにして、そして製造プロセスも実施例3と全く同じにして固形白粉化粧品を得た。

【0070】〔実施例4〕以下の配合により日焼け止め効果のあるファンデーション化粧品を作成した。

20. 0重量部  
 6. 0重量部  
 3. 0重量部  
 2. 0重量部  
 0. 3重量部  
 20. 0重量部  
 1. 0重量部  
 1. 0重量部  
 5. 0重量部  
 5. 0重量部  
 1. 0重量部  
 0. 5重量部  
 50. 2重量部  
 適量  
 適量  
 適量

ここで樹脂粉体は、調整例4で作成したものを用いた。

【0071】まず、樹脂粉体とタルク、二酸化チタン、顔料をニーダーで混合する（粉末部）。精製水にポリエチレングリコール、トリエタノールアミン、プロピレングリコール、ビーガムを加え加熱溶解する。これに粉末部を加え、ホモキサーで粉末を均一に分散させ70℃に保温する（水相）。他の成分を混合し、加熱溶解して70℃に保温する（油相）。水相を油相に加え、反応乳化を行い、ホモキサーで均一に乳化・分散後、かきま\*

|                   |         |
|-------------------|---------|
| 樹脂粉体              | 20.0重量部 |
| カオリン              | 10.0重量部 |
| 二酸化チタン            | 10.0重量部 |
| 雲母末               | 5.0重量部  |
| 酸化鉄（赤）            | 1.4重量部  |
| 酸化鉄（黄）            | 4.0重量部  |
| 酸化鉄（黒）            | 0.1重量部  |
| 固形パラフィン           | 5.0重量部  |
| カルバナロウ            | 3.0重量部  |
| 流動パラフィン           | 33.5重量部 |
| イソプロピルミリスチン酸エステル  | 5.0重量部  |
| イソビタンセスキオレイン酸エステル | 3.0重量部  |
| 香料                | 適量      |

ここで、樹脂粉体は調整例4で作成したものを用いた。

【0074】まず、樹脂粉体と二酸化チタン、カオリン、雲母末、各酸化鉄をブレンダーでよく混合する（粉末部）。粉末部に流動パラフィンの一部とソルビタンセスキオレイン酸エステルを加えホモキサーで均一に分散し、他の成分を加熱溶解してこれに加え、よくかきまぜる。これを容器に流し込み冷却してスチック化粧品を得た。

※30

|                   |          |
|-------------------|----------|
| 樹脂粉体              | 10.0重量部  |
| 二酸化チタン            | 3.0重量部   |
| 赤色202号            | 0.5重量部   |
| 赤色204号            | 2.0重量部   |
| 赤色223号            | 0.05重量部  |
| セレシン              | 12.0重量部  |
| ミツロウ              | 8.0重量部   |
| セチルアルコール          | 5.0重量部   |
| 鯨ロウ               | 4.0重量部   |
| カルバナロウ            | 1.0重量部   |
| 流動パラフィン           | 21.0重量部  |
| 液体ラノリン            | 20.0重量部  |
| ブチルステアリン酸エステル     | 11.45重量部 |
| ソルビタンセスキオレイン酸エステル | 2.0重量部   |
| 香料                | 適量       |
| 酸化防止剤             | 適量       |

ここで、樹脂粉体は調整例4で作成したものを用いた。

【0077】まず、樹脂粉体と二酸化チタン、赤色202号、赤色204号を流動パラフィンの一部に加えコーラーでよく混合する（顔料部）。赤色223号をブリル

\*ぜながら冷却させファンデーション化粧品を得た。

【0072】〔比較例4〕実施例4の場合の樹脂粉体の代わりに2重量部の微粒子酸化亜鉛（住友大阪セメント製、平均粒径0.02μm）を用い、他の成分は実施例4の時と全く同じにして、そして製造プロセスも実施例4と全く同じにしてファンデーション化粧品を得た。

【0073】〔実施例5〕以下の配合により日焼け止め効果のあるスチック化粧品を作成した。

※【0075】〔比較例5〕実施例5の場合の樹脂粉体の代わりに2重量部の微粒子酸化亜鉛（住友大阪セメント製、平均粒径0.02μm）を用い、他の成分は実施例5の時と全く同じにして、そして製造プロセスも実施例5と全く同じにしてスチック化粧品を得た。

【0076】〔実施例6〕以下の配合により日焼け止め効果のある口紅化粧品を作成した。

ステアリン酸エステルに溶解させる（染料部）。他の成分を混合し、加熱溶解した後、顔料部と染料部とを加え、ホモキサーで均一に分散する。分散後、型に流し込み急冷してスチック状の口紅化粧品を得た。

【0078】〔比較例6〕実施例6の場合の樹脂粉体の代わりに2重量部の微粒子酸化亜鉛（住友大阪セメント製、平均粒径0.02 $\mu$ m）を用い、他の成分は実施例6の時と全く同じにして、そして製造プロセスも実施例\*

樹脂粉体  
二酸化チタン  
カオリン  
酸化鉄（赤）  
酸化鉄（黄）  
酸化鉄（黒）  
パール顔料  
ミツロウ  
ヘキサデシルパルミチン酸エステル  
グリセリルキノステアリン酸エステル  
香料

ここで、樹脂粉体は調整例4で作成したものをを用いた。

【0080】まず、樹脂粉体と二酸化チタン、カオリン、各酸化鉄、パール顔料をブレンダーでよくまぜ合わせる（粉末部）。他の成分を混合し、加熱溶解した後、粉末部に均一に加え、粉碎機で処理し、圧縮成型すること

【0081】〔比較例7〕実施例7の場合の樹脂粉体の代わりに2重量部の微粒子酸化亜鉛（住友大阪セメント製、平均粒径0.02 $\mu$ m）を用い、他の成分は実施例7の時と全く同じにして、そして製造プロセスも実施例7と全く同じにしてアイシャドー化粧品を得た。

【0082】このようにして作成された日焼け止めクリーム化粧品、乳液化粧品、白粉化粧品、ファンデーション化粧品、スチック化粧品、口紅化粧品、アイシャドー化粧品に関し、パネル20名による官能試験を行った。この試験における評価項目としては、透明感、滑り、そして伸びを選び、各々の項目について、次のような基準で5段階評価を行った。

- 1……悪い
- 2……やや悪い
- 3……普通
- 4……やや良い
- 5……良い

この官能試験の結果を表2～8に示す。なお、表中の数値は20名の評価段階の平均値である。

【0083】

【表2】

\*6と全く同じにして口紅化粧品を得た。

【0079】〔実施例7〕以下の配合により日焼け止め及び耐光性のある効果のあるアイシャドー化粧品を作成した。

20.0重量部  
3.0重量部  
27.5重量部  
6.0重量部  
8.0重量部  
6.0重量部  
20.0重量部  
2.0重量部  
5.0重量部  
0.5重量部  
適量

| 樹脂粉体No | 透明感 | 滑り  | 伸び  |
|--------|-----|-----|-----|
| 1      | 4.5 | 4.2 | 4.1 |
| 2      | 4.5 | 4.3 | 4.2 |
| 3      | 4.0 | 4.1 | 4.1 |
| 4      | 1.5 | 4.2 | 4.0 |
| 5      | 2.0 | 4.1 | 4.2 |
| 比較例1   | 2.0 | 1.5 | 1.6 |

【0084】

【表3】

乳液化粧品での評価

| 樹脂粉体No | 透明感 | 滑り  | 伸び  |
|--------|-----|-----|-----|
| 1      | 4.7 | 4.4 | 4.3 |
| 2      | 4.7 | 4.3 | 4.4 |
| 3      | 4.0 | 4.1 | 4.2 |
| 4      | 1.0 | 4.2 | 4.1 |
| 5      | 2.2 | 4.2 | 4.2 |
| 比較例2   | 2.2 | 1.5 | 1.6 |

【0085】

【表4】

21  
白粉化粧品での評価

| 樹脂粉体No | 透明感 | 滑り  | 伸び  |
|--------|-----|-----|-----|
| 1      | 4.4 | 4.5 | 4.2 |
| 2      | 4.4 | 4.5 | 4.3 |
| 3      | 3.8 | 4.2 | 4.0 |
| 4      | 1.4 | 4.3 | 4.1 |
| 5      | 2.0 | 4.3 | 4.1 |
| 比較例3   | 2.0 | 1.5 | 1.5 |

【0086】

【表5】

ファンデーション化粧品での評価

| 樹脂粉体No | 透明感 | 滑り  | 伸び  |
|--------|-----|-----|-----|
| 1      | 4.6 | 4.6 | 4.4 |
| 2      | 4.6 | 4.5 | 4.5 |
| 3      | 4.0 | 4.2 | 4.3 |
| 4      | 1.5 | 4.3 | 4.2 |
| 5      | 2.1 | 4.3 | 4.3 |
| 比較例4   | 2.1 | 1.6 | 1.5 |

【0087】

【表6】

スティック化粧品での評価

| 樹脂粉体No | 透明感 | 滑り  | 伸び  |
|--------|-----|-----|-----|
| 1      | 4.8 | 4.7 | 4.5 |
| 2      | 4.7 | 4.6 | 4.6 |
| 3      | 4.2 | 4.3 | 4.4 |
| 4      | 1.7 | 4.3 | 4.3 |
| 5      | 2.0 | 4.3 | 4.4 |
| 比較例5   | 2.1 | 1.6 | 1.5 |

【0088】

【表7】

口紅化粧品での評価

| 樹脂粉体No | 透明感 | 滑り  | 伸び  |
|--------|-----|-----|-----|
| 1      | 4.7 | 4.6 | 4.6 |
| 2      | 4.7 | 4.5 | 4.5 |
| 3      | 4.0 | 4.3 | 4.3 |
| 4      | 1.6 | 4.3 | 4.1 |
| 5      | 2.2 | 4.4 | 4.3 |
| 比較例6   | 2.2 | 1.5 | 1.6 |

【0089】

【表8】

アイシャドー化粧品での評価

| 樹脂粉体No | 透明感 | 滑り  | 伸び  |
|--------|-----|-----|-----|
| 1      | 4.2 | 4.5 | 4.6 |
| 2      | 4.1 | 4.5 | 4.4 |
| 3      | 3.9 | 4.1 | 4.2 |
| 4      | 1.5 | 4.1 | 4.3 |
| 5      | 1.9 | 4.1 | 4.4 |
| 比較例7   | 1.7 | 1.4 | 1.3 |

【0090】この表より、調整例1～3によって金属酸化物の微粒子を用いて分散液を作り、調整例4によって分散粒子径が0.003～0.1  $\mu\text{m}$ である樹脂粉体を作成し、これを原料として乳液化粧品、白粉化粧品、ファンデーション化粧品、スティック化粧品、口紅化粧品、アイシャドー化粧品を作るならば、これらの化粧料は、透明性に優れ、且つ、滑り及び伸びにも優れていることがわかる。

【0091】もし、従来のように粒径の大きい酸化亜鉛粉末を用いて分散液を作り、そして樹脂粉体を作った場合は、樹脂粉体中での酸化亜鉛の分散粒子径もまた大きくなるために、乳液化粧品、白粉化粧品、ファンデーション化粧品、スティック化粧品、口紅化粧品、アイシャドー化粧品の透明性が悪くなり、白く濁った感じになる。

【0092】又、従来のように分散液を作らずに懸濁重合の際酸化亜鉛の微粉をいきなり樹脂モノマーに添加して樹脂粉体を作り、これを用いてを作成した場合にも、やはり樹脂粉体中での酸化亜鉛の分散粒子径が大きくなって、透明性が良くない。

【0093】又、従来のように樹脂粉末を作らずに直接、粒子径が0.1  $\mu\text{m}$ 以下の酸化亜鉛微粉を原料として各々の化粧品を作るならば、透明性もあまり良くなく、また、滑り及び伸びも良くないものになる。更に、図5に示された各樹脂粉体の分光透過率の測定結果を考慮するならば、紫外線遮蔽機能を持つ金属酸化物を分散粒子径0.003～0.1  $\mu\text{m}$ で含有する樹脂粉体を用いて作られた乳液化粧品、白粉化粧品、ファンデーション化粧品、スティック化粧品、口紅化粧品、アイシャドー化粧品は、紫外線遮蔽効果の点でも優れたものになることがわかる。

【0094】

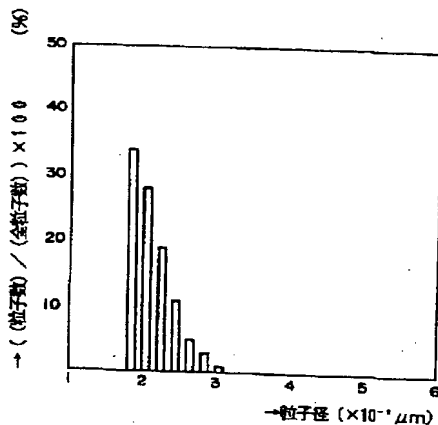
【発明の効果】以上のように、本発明における請求項1に係る化粧料では、紫外線遮蔽能を有する平均粒子径0.003～0.1  $\mu\text{m}$ の金属酸化物を、当該金属酸化物に対し1～50重量%の分散剤の存在下に樹脂モノマーに分散させ、金属酸化物の分散粒子径を0.003～0.1  $\mu\text{m}$ に

維持しながら懸濁重合あるいは乳化重合を行うことによって、内包させた樹脂粉体からなり、該樹脂粉体をクリーム化粧品、乳液化粧品あるいは液状のファンデーション化粧品に配合したことによって、紫外線遮蔽性金属酸化物が均一に分散された乳液化粧品、クリーム化粧品、あるいは液状のファンデーション化粧品等を得ることができ、有機系紫外線吸収剤の必要性をなくし、金属酸化物の微粒子を使用する場合に伴う技術的困難さと、有機系紫外線吸収剤のみを用いることによる弊害とを共に解消することができ、乳液化粧品に効果的に紫外線遮蔽性を付与することができるとともに金属酸化物含有化粧品の滑りおよび伸びを向上させることができる。

【0095】また、請求項2に係る化粧料では、紫外線遮蔽能を有する平均粒子径  $0.003 \sim 0.1 \mu\text{m}$  の金属酸化物を、当該金属酸化物に対し  $1 \sim 50$  重量%の分散剤の存在下に樹脂モノマーに分散させ、金属酸化物の分散粒子径を  $0.003 \sim 0.1 \mu\text{m}$  に維持しながら懸濁重合あるいは乳化重合を行うことによって、内包させた樹脂粉体からなり、該樹脂粉体を当該化粧品の使用される形状に成形された化粧品に配合したことによって、紫外線遮蔽性金属酸化物が均一に分散されて成形された化粧品を得ることができ、有機系紫外線吸収剤の必要性をなくし、金

【図1】

調整例1の粒度分布を示す棒グラフ



属酸化物の微粒子を使用する場合に伴う技術的困難さと、有機系紫外線吸収剤のみを用いることによる弊害とを共に解消することができ、成形された化粧品に効果的に紫外線遮蔽性を付与することができるとともに金属酸化物含有化粧品の滑りおよび伸びを向上させることができる。

【0096】そしてまた、請求項3に係る化粧料では、前記成形された化粧品が、固形白粉化粧品、ファンデーション化粧品、スチック化粧品、口紅化粧品、アイライン化粧品あるいはアイシャドー化粧品であるから、金属酸化物が含有されていても滑りおよび伸びの良い紫外線遮蔽機能のある成形された化粧品を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明における調整例1の粒度分布を示す棒グラフである。

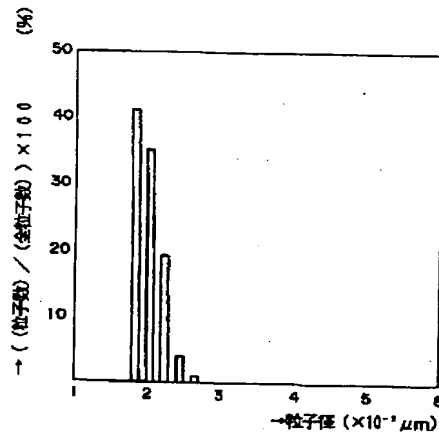
【図2】本発明における調整例2の粒度分布を示す棒グラフである。

【図3】本発明における調整例3の粒度分布を示す棒グラフである。

【図4】本発明における各樹脂粉体の分光曲線を示す棒グラフである。

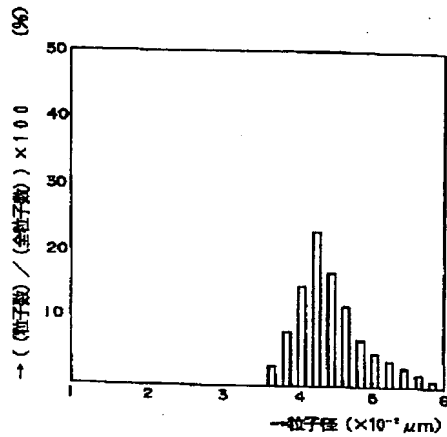
【図2】

調整例2の粒度分布を示す棒グラフ



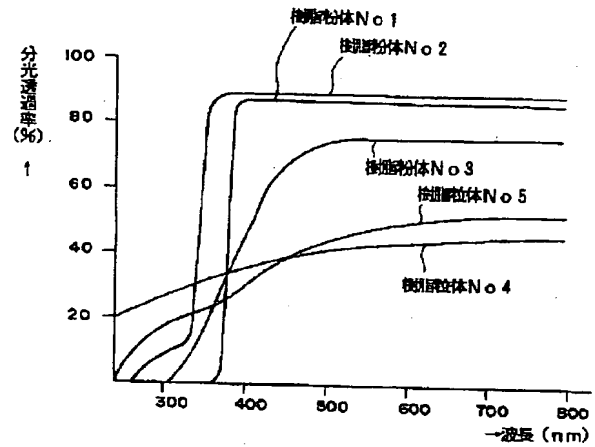
【図3】

調整例3の粒度分布を示す棒グラフ



【図4】

各樹脂粒体の分光曲線を示すグラフ



フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>

A 61 K 7/032

識別記号

F I

A 61 K 7/032

(72) 発明者 寺本 健三

滋賀県甲賀郡水口町泉1259 積水化成品  
工業株式会社 内

(56) 参考文献

特開 昭57-120514 (J P, A)  
特開 平9-194343 (J P, A)  
特開 平6-239728 (J P, A)  
特開 平2-212414 (J P, A)  
特開 昭63-122615 (J P, A)  
特開 昭47-28157 (J P, A)(58) 調査した分野 (Int. Cl. <sup>7</sup>, DB名)

A61K 7/00 - 7/50

CA (STN)